

**INK FOR INK JET RECORDING**

Patent Number: JP10251569  
Publication date: 1998-09-22  
Inventor(s): ISHII MASUKAME;; SAKUMA TADASHI;; SUZUKI SHOICHI;; TSUJII YOSHIAKI;;  
SUZUKI ATSUSHI  
Applicant(s): KAO CORP  
Requested Patent: JP10251569  
Application  
Number: JP19970056631 19970311  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C09D11/00; B41J2/01; B41M5/00  
EC Classification:  
Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain an ink for ink jet recording excellent in dispersion stability of the ink without causing the clogging in a head by including a specific carbon black, a dispersing agent and a water-soluble medium therein.

**SOLUTION:** This ink for ink jet recording comprises (A) a carbon black having 0-100ppm residue on a sieve based on the DIN ISO 787/18, 500-1,000g/100g volume of oil absorption and 150-500m<sup>2</sup>/g BET specific surface area, (B) a dispersing agent such as a formalin condensate of  $\beta$ -naphthalenesulfonic acid (salt) or a copolymer of an acrylic or a methacrylic acid derivative in an amount of preferably 0.5-5wt.% (in the ink) and (C) a water-soluble medium such as ethylene glycol. The compounding ratio of the components A and B is preferably (8/2) to (8/8) of the components A/B expressed in terms of weight ratio.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 0 9 D 11/00

C 0 9 D 11/00

B 4 1 J 2/01

B 4 1 M 5/00

E

B 4 1 M 5/00

B 4 1 J 3/04

1 0 1 Y

審査請求 未請求 請求項の数5 O L (全 9 頁)

(21)出願番号

特願平9-56631

(22)出願日

平成9年(1997) 3月11日

(71)出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72)発明者 石井 万寿亀

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会  
社研究所内

(72)発明者 佐久間 正

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会  
社研究所内

(72)発明者 鈴木 祥一

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会  
社研究所内

(74)代理人 弁理士 羽鳥 修 (外1名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 インクジェット記録用インク

(57)【要約】

【課題】 インクの分散安定性に優れたインクジェット  
記録用インクを提供すること。【解決手段】 本発明のインクジェット記録用インク  
は、D I N I S O 7 8 7 / 1 8に基づくふり残分  
が0~100ppmであるカーボンブラック、分散剤及  
び水溶性媒体を含有することを特徴とする。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 DIN ISO 787/18に基づくふるい残分が0～100ppmであるカーボンブラック、分散剤及び水溶性媒体を含有することを特徴とするインクジェット記録用インク。

【請求項2】 上記カーボンブラックの粉状態における、DIN ISO 787/5に基づく吸油量が、500～1000g/100gである、請求項1記載のインクジェット記録用インク。

【請求項3】 上記カーボンブラックのBET比表面積が、150～500m<sup>2</sup>/gである、請求項1又は2記載のインクジェット記録用インク。

【請求項4】 上記分散剤が、β-ナフタリンスルホン酸（塩）のホルマリン縮合物である、請求項1～3の何れかに記載のインクジェット記録用インク。

【請求項5】 上記分散剤が、（メタ）アクリル酸誘導体の共重合体である、請求項1～3の何れかに記載のインクジェット記録用インク。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、インクジェット記録用インクに関し、更に詳しくはインク構成する各成分の分散安定性（以下、「インクの分散安定性」という）に優れたインクジェット記録用インクに関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】インクジェット記録方式は、非常に微細なノズルからインク液滴を被記録部材に直接吐出、付着させて、文字や画像を得る記録方式である。この方式によれば、使用する装置が低騒音で操作性がよいという利点を有するのみならず、カラー化が容易であり且つ被記録部材として普通紙が使用できるという利点も有するため、近年広く用いられている。インクの吐出方式としては、プリンターヘッドに圧電素子を利用した圧電式と、発熱抵抗素子のヒーターから発生する熱エネルギーを利用した熱ジェット式とが広く用いられている。

【0003】かかるインクジェット記録方式によって記録するために用いられるインクジェット記録用インクとしては、染料インク及び顔料インクが主である。これらのインクのうち顔料インクは、染料インクに比して印刷像の耐水性や耐光性に優れるものの、インクの低分散且つ安定性が不良という問題があった。

【0004】そこで、かかる問題を解決する目的で、顔料、水溶性樹脂及び液媒体を含有し、該顔料及び該水溶性樹脂を特定の重量比とした水系顔料インクが知られている（特開平4-110363号公報）。該水系顔料インクにおける水溶性樹脂としては、具体的にはスチレン-アクリル酸（-アクリル酸アルキルエステル）共重合体、スチレン-マレイン酸（-アクリル酸アルキルエステル）共重合体、スチレン-メタクリル酸（-アクリル

酸アルキルエステル）共重合体、スチレン-αメチルスチレン-アクリル酸（-アクリル酸アルキルエステル）共重合体、スチレン-マレイン酸-ハーフエステル共重合体、ビニルナフタレン-アクリル酸共重合体、ビニルナフタレン-マレイン酸共重合体、あるいは、これらの塩等が用いられている。上記水溶性樹脂は、顔料の分散剤として作用するものであり、これにより顔料の分散安定性の向上を図り、上記目的を達成しようとしている。

【0005】しかしながら、上記公報記載の水系顔料インクを、非常に微細なノズルからインク液滴を直接吐出、付着させる方式を採用するインクジェット記録用インクとして用いた場合には、インクの分散安定性が未だ十分ではなく、このためヘッドでの目詰まりを起こすという大きな問題がある。

【0006】従って、本発明の目的は、インクの分散安定性に優れたインクジェット記録用インクを提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは鋭意検討した結果、特定のカーボンブラックの採用、又は、該カーボンブラックと特定の分散剤とを組み合わせることで、上記目的を達成し得るインクジェット記録用インクが得られることを知見した。

【0008】本発明は上記知見に基づきなされたもので、DIN ISO 787/18に基づくふるい残分が0～100ppmであるカーボンブラック、分散剤及び水溶性媒体を含有することを特徴とするインクジェット記録用インクを提供することにより上記目的を達成したものである。また、本発明は、DIN ISO 787/18に基づくふるい残分が0～100ppmであるカーボンブラック、β-ナフタリンスルホン酸（塩）のホルマリン縮合物及び水溶性媒体を含有するインクジェット記録用インクを提供することにより上記目的を達成したものである。さらに、本発明は、DIN ISO 787/18に基づくふるい残分が0～100ppmであるカーボンブラック、（メタ）アクリル酸誘導体の共重合体及び水溶性媒体を含有するインクジェット記録用インクを提供することにより上記目的を達成したものである。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明のインクジェット記録用インク（以下、単に「インク」ともいう）は、上述の通り特定のカーボンブラックと分散剤、又は該カーボンブラックと特定の分散剤との組合せを必須成分として含有することを特徴とするものである。

【0010】特定のカーボンブラックとは、DIN ISO 787/18に基づくふるい残分が0～100ppmであるカーボンブラックであり、これを用いることにより、該カーボンブラックを含有するインクジェット記録用インクの分散安定性が向上する。ここで、上記ふ

るい残分とは、カーボンブラック中に存在する不純物の量を示す尺度となるもので、該ふるい残分が100ppmを超えると分散工程において、調製された分散体中に分散されない粗大粒子が多くなり、粒径分布とともに濾過性が悪くなる。また、上記ふるい残分は、0~50ppmであることが好ましく、0~20ppmであることが更に好ましい。尚、ここで用いる「ppm」は、重量基準である。

【0011】ふるい残分が上記範囲内であるカーボンブラックは、特に限定されるものでないが、例えばHigh Color Channel、Medium Color Channel、及びRegular Color Channel等のChannel法を用いて製造することができる。また、該カーボンブラックとして、デグサ製のColor Black FW18、FW1、FW2、FW200、Special Black 6（それぞれ商品名）等の市販品を用いることもできる。なかんずく、Color Black FW18がインクの分散安定性の点で優れている。

【0012】上記カーボンブラックは、本発明のインク中に1~15重量%配合されることが好ましく、2~10重量%配合されることが更に好ましい。上記カーボンブラックの配合量が1重量%に満たないと印字濃度が不十分であり、15重量%を超えて使用しても印字濃度の大幅な向上が図れない虞れもあるので、上記範囲内とすることが望ましい。

【0013】また、上記カーボンブラックは、その粉状態における、DIN ISO 787/5（フローポイント法）に基づく吸油量が500~1000g/100gであることが好ましい。該吸油量はカーボンブラックの二次粒子の粒径の尺度となるもので、該吸油量が上記条件を満足しない場合、カーボンブラックの凝集が起こりやすく、インクの保存安定性が低下したり、インクの吐出不良等が起こることもありうる。上記吸油量は、600~1000g/100gであることが更に好ましく、800~950g/100gであることが一層好ましい。

【0014】また、上記カーボンブラックは、そのBET比表面積が150~500m<sup>2</sup>/gであることが好ましい。該BET比表面積が上記条件を満足しない場合、目的とする物性に達しないことがある。上記BET比表面積は、220~500m<sup>2</sup>/gであることが更に好ましく、250~400m<sup>2</sup>/gであることが一層好ましい。

【0015】また、上記カーボンブラックは、高温下でのインクの長期保存安定性の向上、及び印字品質の向上の点から、その平均粒径が50~2000nmであることが好ましく、50~1000nmであることが更に好ましい。尚、上記カーボンブラックの平均粒径は、例えば、コールターカウンターやCPS Disc Ceu

trifuge等により測定することができる。

【0016】本発明のインクに用いられる分散剤としては、特に制限されるものではないが、例えば、アニオン界面活性剤として、アルキルスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルカン又はオレフィンスルホン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキル又はアルキルアリールエーテル硫酸エステル塩、アルキルリン酸塩、アルキルジフェニルエーテルジスルホン酸塩、エーテルカルボキシレート、アルキルスルホコハク酸塩、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル、及び脂肪酸塩よりなる群から選ばれる界面活性剤や、高級脂肪酸とアミノ酸の縮合物、ナフテン酸塩等を用いることができる。好ましく用いられるアニオン界面活性剤は、アルキルベンゼンスルホン酸塩（とりわけ直鎖アルキルのもの）、アルカン又はオレフィンスルホン酸塩（とりわけ第2級アルカンスルホン酸塩、 $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩）、アルキル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキル又はアルキルアリールエーテル硫酸エステル塩（とりわけポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩）、アルキルリン酸塩（とりわけモノアルキルのもの）、エーテルカルボキシレート、アルキルスルホコハク酸塩、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル、及び脂肪酸塩よりなる群から選ばれる界面活性剤であり、特に好ましくは、アルキルスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩（とりわけ直鎖アルキルのもの）、ポリオキシエチレンアルキル又はアルキルアリールエーテル硫酸エステル塩（とりわけポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩）、及びアルキル硫酸エステル塩である。これらは単独で又は二種以上を組み合わせる用いることができる。また、カチオン界面活性剤として、脂肪族アミン塩、第4級アンモニウム塩、スルホニウム塩、及びホスフォニウム塩等を用いることができる。これらは単独で又は二種以上を組み合わせる用いることができる。また、ノニオン界面活性剤として、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアリールエーテル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル及びアルキル（ポリ）グリコキッドよりなる群から選ばれる界面活性剤等を用いることができる。好ましく用いられるノニオン界面活性剤は、ポリオキシエチレンアルキルエーテル及びポリオキシエチレンアルキルアリールエーテルより選ばれる界面活性剤等である。これらは単独で又は二種以上を組み合わせる用いることができる。また、両性界面活性剤として、アミノ酸型又はペタイン型化合物等を用いることができる。また、高分子分散剤として、ゼラチン、カゼイン等のタンパク質、アラビアゴム等の天然ゴム、サポニン等のグルコキッド、アルキルセルロース、カルボキ

シアルキルセルロース、ヒドロキシアルキルセルロース等のセルロース誘導体、リグニンスルホン酸塩、セラック等の天然高分子、ポリアクリル酸塩、スチレン-アクリル酸共重合体塩、ビニルナフタレン-アクリル酸共重合体塩、スチレン-マレイン酸共重合体塩、ビニルナフタレン-マレイン酸共重合体塩、ポリリン酸、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアルキレングリコール、 $\beta$ -ナフタリンスルホン酸(塩)のホルマリン縮合物、(メタ)アクリル酸誘導体の共重合体等が挙げられ、使用に際しては、これらの一種又は二種以上を用いることができる。

【0017】特に、本発明のインクにおいては、上記分散剤として、 $\beta$ -ナフタリンスルホン酸(塩)のホルマリン縮合物又は(メタ)アクリル酸誘導体の共重合体を、上記カーボンブラックとともに用いることにより、

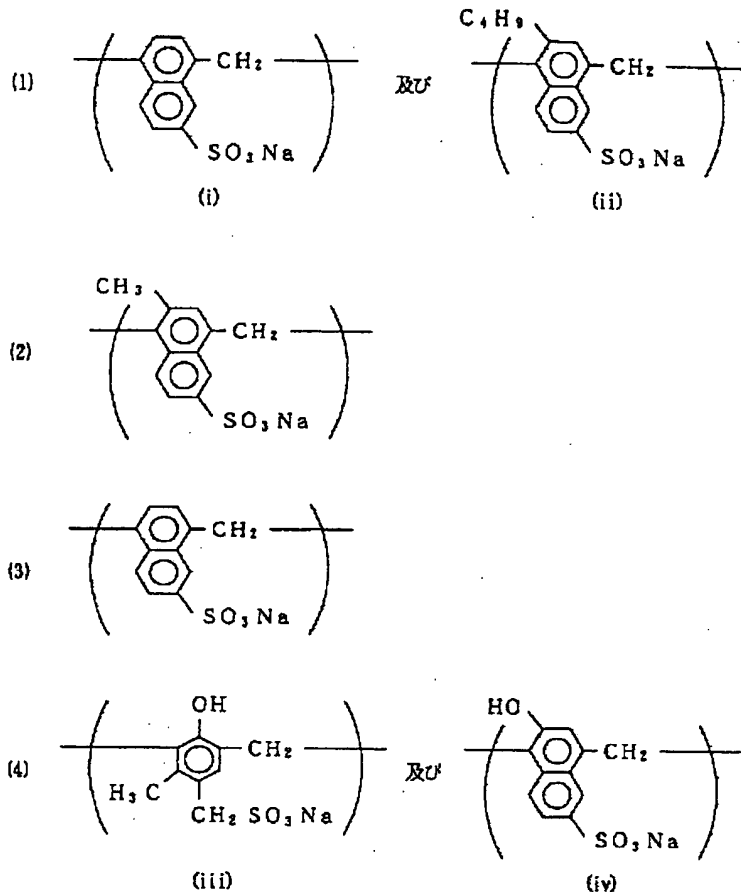
\* 上記カーボンブラックを含有するインクの分散安定性が一層向上する。このようにインクの分散安定性が一層向上する理由は定かではないが、上記両成分を組み合わせるによりインク中の上記カーボンブラックの沈降速度が遅く(沈降率が低く)なり、濾過性が良好となるためであると推察される。

【0018】上記 $\beta$ -ナフタリンスルホン酸(塩)のホルマリン縮合物としては、下記構成単位(1)~(4)の何れかを含有するもの〔以下、これを「縮合物

(ア)」という〕が好ましく用いられる。このような縮合物(ア)を用いることにより、上記カーボンブラックの分散安定性が更に一層向上するので好ましい。

【0019】

【化1】



【0020】ここで、構成単位を2つ有するもの、即ち上記構成単位(1)及び(4)において、2つの構成単位で形成される共重合様式は、ランダム重合、ブロック重合、交互重合等の何れであってもよい。上記構成単位(1)の場合、(i)と(ii)とのモル比(前者/後者)は、3/1~1/3であることが好ましい。また、上記構成単位(4)の場合、(iii)と(iv)とのモル比(前者/後者)は、2/1~1/2であることが好ましい。

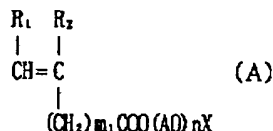
【0021】また、上記縮合物(ア)においては、その分散剤としての機能を損なわない範囲内で他の構成単位を含有していてもよい。該他の構成単位としては、アルキルナフタレンスルホン酸、アルキルアルコールナフタレンスルホン酸、アルキル無水マレイン酸、ポリカルボン酸等の共重合可能な単量体から形成される構成単位が挙げられる。この場合、該他の構成単位を縮合物(ア)中に30重量%以下で含有していることが好ましい。

50 【0022】また、上記縮合物(ア)は、吸着性、分散

性の点から、その重量平均分子量が約1000~1万であることが好ましく、3000~6000であることが更に好ましい。

【0023】また、上記縮合物(ア)は、通常公知の方法、例えば、 $\beta$ -ナフタリンスルホン酸(塩)及び当量のホルマリン並びに必要に応じその他の成分を用いて縮重合することにより製造することができる。該その他の成分としては、例えば、 $\beta$ -メチルナフタリン、 $\alpha$ -メチルナフタリン、アセナフテン、ジベンゾフラン、フルオレン、フェナンスレン、アントラセン、フルオランセン、ピレン等のスルホン酸(塩)が挙げられる。該縮合物(ア)として、花王(株)製のデモールN、デモールSN-B、デモールMS、デモールSS-L及びデモールC(それぞれ商品名)等の市販品を用いることもできる。尚、デモールNは上記構成単位(3)を含有するものであり、デモールSN-Bは上記構成単位(1)を含有するものであり、デモールMSは上記構成単位(2)を含有するものであり、デモールSS-Lは上記構成単位(4)を含有するものである。また、デモールCは前述したような $\beta$ -ナフタリンスルホン酸(塩)のホルマリン縮合物の二種以上を含有している混合物である。な

かんずく、インクのOHP等の被記録紙への定着性の点



(式中、 $R_1$ 及び $R_2$ は水素原子又は低級アルキル基を示し同一又は異なってもよく、 $m_1$ は0~2の整数を示し、AOは炭素数2~3のオキシアルキレン基を示し、 $n$ は1~300の整数を示し、Xは水素原子又は低級アルキル基を示す。)



(式中、 $R_3$ 、 $R_4$ 及び $R_5$ は水素原子、低級アルキル基又は $(CH_2)_{m_2}COOM_2$ を示し同一又は異なってもよく、 $M_1$ 及び $M_2$ は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又はアミンを示し同一又は異なってもよく、 $m_2$ は0~2の整数を示す。また、一般式(B)においては、その酸無水物も含む。)

【0027】上記共重合体(1)について詳述すると、上記一般式(A)において、 $R_1$ 及び $R_2$ は、上述の通り水素原子又は低級アルキル基(好ましくはC1~C3)を示し、同一でも異なってもよい。特に、 $R_1$ 及び $R_2$ が両方とも水素原子であるか又は $R_1$ が水素原子で $R_2$ がメチル基であることが好ましい。 $m_1$ は、0~2の整数を示し、好ましくは0又は1である。AOは、炭素数2~3のオキシアルキレン基(即ち、オキシエチレン基又はオキシプロピレン基)を示し、好ましくはオキシエチレン基である。 $n$ は1~300の整数を示し、好

\*で、デモールCが特に好ましい。

【0024】また、上記(メタ)アクリル酸誘導体の共重合体は、(メタ)アクリル酸又はその誘導体のみが共重合成分として用いられているものであってもよく、或いは(メタ)アクリル酸又はその誘導体と、重合性を有する単量体とが共重合成分として用いられているものであってもよい。(メタ)アクリル酸の誘導体としては、そのアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩若しくはアミン塩及びエステル、並びに二重結合炭素に結合する水素原子が各種官能基(例えばカルボキシル基やカルボキシアシル基)で置換された化合物(例えば、マレイン酸、イタコン酸、シトラコン酸及びフマル酸)等が挙げられる。特に、立体障害性を発現し得る程度の鎖長の側鎖を上記共重合体に導入し得る(メタ)アクリル酸の誘導体が好ましい。

【0025】(メタ)アクリル酸誘導体の共重合体として特に好ましく用いられるものは、下記一般式(A)で表される単量体(a)と、下記一般式(B)で表される単量体(b)とを重合して得られる共重合体〔以下、この共重合体を「共重合体(1)」という〕である。

【0026】

【化2】

ましくは2~150の整数であり、更に好ましくは4~130の整数である。 $n$ が0であると分散安定性を十分発揮できず、 $n$ が300を超えるとインクの粘度が上昇し、吐出挙動に影響を及ぼすことがある。Xは水素原子又は低級アルキル基(好ましくはC1~C5)を示し、好ましくは水素原子、メチル基又はエチル基である。

【0028】上記一般式(A)で表される化合物として好ましいものの具体例としては、メトキシポリエチレングリコール、メトキシポリエチレンポリプロピレングリ

50 コール、エトキシポリエチレングリコール、エトキシポ

リエチレンポリプロピレングリコール、プロポキシポリエチレングリコール、プロポキシポリエチレンポリプロピレングリコール等の片末端アルキル封鎖ポリアルキレングリコールとアクリル酸、メタクリル酸又は脂肪酸の脱水素（酸化）反応物とのエステル化物や、アクリル酸、メタクリル酸又は脂肪酸の脱水素（酸化）反応物へのエチレンオキシド、プロピレンオキシド付加物が挙げられる。上記一般式（A）で表される化合物において、エチレンオキシド及びプロピレンオキシドの双方を付加させる場合には、ランダム付加、ブロック付加、交互付加等のいずれでも用いることができる。この場合、エチレンオキシドとプロピレンオキシドとの付加モル比（前者：後者）は、10：90～90：10であることが望ましく、10：90～60：40であることが更に望ましい。

【0029】上記一般式（B）で表される化合物としては、不飽和モノカルボン酸及びその塩並びに不飽和ジカルボン酸及びその塩が挙げられる。具体的には、アクリル酸、メタクリル酸及びクロトン酸並びにこれらの金属塩や、不飽和ジカルボン酸系単量体であるマレイン酸、イタコン酸、シトラコン酸及びフマル酸並びにこれらのアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩及びアミン塩並びにこれらの酸無水物である無水マレイン酸、無水イタコン酸及び無水シトラコン酸が挙げられる。

【0030】上記共重合体（I）においては、上記単量体（a）及び（b）のモル比〔単量体（a）／単量体（b）〕が0.1／100～100／100であることが好ましく、1／100～70／100であることが更に好ましい。該単量体（a）の比率がこれよりも小さいと分散安定性が損なわれ、該単量体（a）の比率がこれよりも大きいと水に対する溶解性が低下して分散性が低下する虞れがある。即ち、該単量体（a）及び（b）のモル比をかかえる範囲内とすることにより、分散安定性に一層優れた分散剤となるので好ましい。

【0031】上記共重合体（I）においては、その分散剤としての機能を損なわない範囲内で他の共重合可能な単量体を共重合成分として更に用いてもよい。該単量体としては、（メタ）アクリロニトリル、（メタ）アクリルアミド、スチレン、スチレンスルホン酸等が挙げられる。

【0032】上記単量体（a）及び（b）の共重合様式は、ランダム共重合、ブロック共重合、交互共重合、グラフト共重合の共重合様式をとることができ、得られる共重合体（I）の分散剤としての機能を損なわない限り特に制限されない。

【0033】上記共重合体（I）は、高分子量になると増粘して取り扱い性に劣ること及びインクにした時にインクの粘度が上昇しインクの性能を低下させるという虞れがあることからその重量平均分子量が5000～20

万であることが望ましく、5000～7万であることが更に望ましい。

【0034】特に、上記共重合体（I）の中でも、カーボンブラックの分散安定性の点から、1分子当たりオキシアルキレン基を好ましくは1～300個、更に好ましくは2～150個、一層好ましくは4～130個導入したポリアルキレングリコールモノエステル系単量体〔特に、（メタ）アクリル酸のポリアルキレングリコールエステル又はアルコキシポリアルキレングリコールエステル〕と（メタ）アクリル酸系単量体とを重合して得られる共重合体を用いることが望ましい。

【0035】上記共重合体（I）の調製方法は、該共重合体（I）の分散剤としての機能を損なわない限り特に制限されず、従来公知の調製方法が用いられる。調製方法の具体例としては、特開平7-223852号公報の第4欄42行～第5欄11行に記載の方法等が挙げられる。

【0036】上記分散剤は、本発明のインク中に0.05～10重量％配合されることが好ましい。該分散剤の配合量がこの範囲内であるとインクの分散安定性に一層優れるとともに、インクジェット記録用インクに最適な粘度を有するインクが得られる。該分散剤の配合量は、0.1～8重量％であることが更に好ましく、0.5～5重量％であることが一層好ましい。

【0037】本発明のインクに用いられる上記カーボンブラックと上記分散剤との重量比（前者／後者）は、インクの分散安定性及びインクとしての印字品質の点から、8／1～8／20であることが望ましく、8／2～8／8であることが更に望ましい。

【0038】本発明のインクは水系インクとして用いられ、水溶性溶剤及び水等の水溶性媒体が配合されている。

【0039】上記水溶性溶剤は、湿潤剤ないし保湿剤としての機能を有するものであればその種類に特に制限は無く、例えばエチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール及びポリエチレングリコール等のグリコール類；グリセリン；ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、メチルカルビトール、エチルカルビトール、ブチルカルビトール、エチルカルビトールアセテート、ジエチルカルビトール、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノエチルエーテル、及びプロピレングリコールモノメチルエーテル等の多価アルコールのエーテル類、アセテート類；チオジグリコール；N-メチル-2-ピロリドン；1,3-ジメチルイミダゾリジノン；トリエタノールアミン；ホルムアミド；ジメチルホルムアミド等の含

窒素化合物類、ジメチルスルホキシドの一種又は二種以上を使用することができる。これらの水溶性溶剤は、本発明のインク中に0.1~30重量%配合されることが好ましく、0.1~15重量%配合されることが更に好ましい。

【0040】また、水（望ましくはイオン交換水）は、70~98重量%配合されることが好ましく、85~95重量%配合されることが好ましい。

【0041】上述の必須成分に加えて、本発明のインクには必要に応じて以下に述べるような各種成分を配合することもできる。

【0042】即ち、本発明のインクにおいては、必要に応じてシリコーン系化合物等の消泡剤、クロロメチルフェノール系化合物等の防黴剤、EDTA等のキレート剤、亜硫酸塩等の酸素吸収剤等を配合することもできる。

【0043】また、本発明のインクは、印刷像（黒色）の印字濃度を向上させ得る点から、そのpHが9.5~13.0であることが好ましく、10.0~12.0であることが更に好ましい。pHを上記範囲内とするためには、本発明のインクにpH調整剤、例えばアミノアルコールを配合すればよい。該アミノアルコールとしては、モノエタノールアミン（例えば、2-アミノエタノール）、ジエタノールアミン又はトリエタノールアミン等を用いることが好ましい。

【0044】また、本発明のインクは、吐出挙動を向上させ得る点から、その25℃における粘度が0.3~30cpsであることが好ましく、1~10cpsであることが更に好ましい。粘度を上記範囲内とするためには、例えば、本発明のインクのpHを、上記分散剤の吸着層（上記分散剤が上記カーボンブラックに吸着してできた層）の厚さが最適となるような値に調整したり、イ

#### 〔実施例1〕

- ・カーボンブラックA
- ・分散剤a
- ・ラウリル硫酸ナトリウム
- ・ジエチレングリコール
- ・2-アミノエタノール
- ・水

上記成分をサンドミルで4時間分散し、分散液Aとした。次いで、分散液A及び下記成分を下記の配合比とな

- ・カーボンブラックA
- ・分散液A
- ・ラウリル硫酸ナトリウム
- ・ジエチレングリコール
- ・2-アミノエタノール
- ・水

上記の成分を配合後、遠心分離機で遠心分離（2500G、20分間）し、粗大粒子を除去してインクを得た。このインクの分散安定性（調製直後、及び60℃、5日

\* ンク中の固形分を最適化したり、或いは、適当量の脂肪族一価アルコールを配合すればよい。

【0045】また、吐出安定性を向上させるために、本発明のインクの25℃における表面張力を30~60dyne/cmとすることが好ましく、30~50dyne/cmとすることが更に好ましい。表面張力を上記範囲内とするためには、例えば上述の分散剤として、適量の各種界面活性剤を用いればよい。

【0046】上述の各成分を混合して本発明のインクを調製する方法に特に制限はなく、従来公知の装置、例えばボールミル、サンドミル、アトライター、バスケットミル、ローミル等を使用して調製することができる。本発明のインクの調製に際しては、粗大粒子を除去することが好ましい。例えば、上述の各成分を配合して得られたインクを、遠心分離機で遠心分離（2500G、20分間）することによって、好ましくは2000nm以上、更に好ましくは1000nm以上の粒子を除去する。これによって、目詰まりのないインクが得られるので好ましい。

【0047】本発明のインクは、プリンターヘッドに配設された発熱抵抗素子のヒーター等による熱エネルギーを用いて記録を行う熱ジェット記録方式のプリンター、及びプリンターヘッドに配設された圧電素子を用いて記録を行う圧電素子記録方式のプリンターの何れを用いて印刷した場合にも優れた効果を発揮する。

#### 【0048】

【実施例】以下、実施例をもって本発明の有効性を例示する。しかしながら、本発明の範囲はかかる実施例に制限されるものではない。尚、以下の例中、「部」及び「%」は特に断らない限りそれぞれ重量部及び重量%を表す。

#### \* 【0049】

- 8部
- 3部
- 3部
- 5部
- 1部
- 80部

40 ※るようにディゾルバーで希釈した。

※

- 5部
- 2部
- 2部
- 5部
- 1部
- 85部

間保存後）を下記〔評価方法〕に従い評価した。その結果を表3に示す。尚、上記の成分において、カーボンブラックA及び分散剤aの詳細は表2に示す通りである。

50



## 【0050】〔評価方法〕

## インクの分散安定性

得られたインクの固形分濃度(%)と、4000rpmで15分間遠心分離(日立機社製 HIMAC CT4による)した後の固形分濃度(%)とを測定し、下記数式(1)から遠心分離による固形分濃度低下率を求め、その値を調製直後の分散安定性の指標とした。ま

\* た、60℃で5日間保存した後のインクについても同様に測定を行い、固形分濃度低下率を求め、その値を60℃、5日間保存後(長期保存後)の分散安定性の指標とした。これらの指標から下記評価基準に従ってインクの分散安定性を評価した。

【0051】

\* 【数1】

$$\text{固形分濃度低下率} = \frac{\text{遠心分離前の固形分濃度} - \text{遠心分離後の固形分濃度}}{\text{遠心分離前の固形分濃度}} \times 100 \quad (1)$$

## 評価基準

- ・調製直後のインクに対して
  - 固形分濃度低下率が10%以下・・・・・・・・・・◎
  - 固形分濃度低下率が10%を超えて30%以下・・・・・・・・・・○
  - 固形分濃度低下率が30%を超える・・・・・・・・・・×
- ・60℃、5日間保存後のインクに対して
  - 固形分濃度低下率が15%以下・・・・・・・・・・◎
  - 固形分濃度低下率が15%を超えて35%以下・・・・・・・・・・○
  - 固形分濃度低下率が35%を超える・・・・・・・・・・×

尚、上記遠心分離は、得られたインクを試験管に10g採取して行い、また遠心分離後の固形分濃度は、上澄み液6gを採取して測定した。

20

【0052】〔実施例2及び比較例〕表1及び表2に示すカーボンブラック及び分散剤を用いた以外は実施例1と同様にしてインクを得た。得られたインクについて実施例1と同様の評価を行った。その結果を表3に示す。

【0053】

【0054】

【表1】

【表2】

		カーボン ブラック	分散剤
実施例	1	A	a
	2	A	b
比較例		B	b

カーボン ブラック	A	ふるい残分18ppm、吸油量840g/100g、BET比表面積260m <sup>2</sup> /g (Color Black FW18、テグサ製)
	B	ふるい残分500ppm、吸油量400g/100g、BET比表面積110m <sup>2</sup> /g (Printex 150T、テグサ製)
分散 剤	a	β-ナフタリンスルホン酸ナトリウムのホルマリン縮合物、 重量平均分子量=2,000 (デモールN〔前記構成単位(3)を含有〕、花王製)
	b	メタクリル酸のメトキシポリエチレングリコール(EO付加数: 120個/分子)エステルとメタクリル酸ナトリウムとの共重合体 〔単量体のモル比(前者/後者)=30/70〕、 重量平均分子量=20,000

【0055】

※ ※【表3】

		調製直後の分散安定性	60℃、5日間 保存後の分散安定性
実施例	1	◎	◎
	2	◎	○
比較例		×	×

【0056】表3に示す結果から明らかなように、特定のカーボンブラックを用いた本発明のインク(実施例1及び2)は、比較例のインクに比してインクの分散安定性に優れていることが分かる。さらに、分散剤としてβ-ナフタリンスルホン酸(塩)のホルマリン縮合物を用

いた場合には、60℃で5日間保存後の分散安定性に顕著に優れていることが分かる(実施例1)。

【0057】

【発明の効果】本発明によれば、インクの分散安定性に優れたインクジェット記録用インクが得られる。

フロントページの続き

(72)発明者 辻井 善明

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会社  
研究所内

(72)発明者 鈴木 敦

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会社  
研究所内